

<p>92-072995/10 L01 V07 DAIMLER-BENZ AG 21.08.90-DE-026371 (27.02.92) C03b-37/01 C03c-13 G02b-06 Deposition of quartz glass layer for use in optical fibres - consists of burning silicon-contg. volatile cpds. in flame which is directed at the substrate surface C92-033532</p>	<p>DAIM 21.08.90 *DE 4026-371-A</p>	<p>L(1-F3F)</p>
<p>A quartz glass preform is made by deposition on a substrate surface of a flame in which combustible Si cpds. are burned with the addn. of air or O<sub>2</sub> pref. just before the cpds. enter the flame. Pref. Si cpds. are alkoxysilanes, silanes, alkylalkoxy-silanes, siloxane or silanol. Dopant can be added as volatile cpds. to the flame, e.g. BBr<sub>3</sub>, B(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, borane, borazole, corresp., P cpds. or Ge cpds. Pref. Si-cpd. which contains a dopant, esp. tris-trimethylsiloxyboron, tris-triethylsiloxyphosphine-oxide or other silyl-esters, inorganic acids or polymetallosiloxanes. Pref. water-removing substances are added in vapour form. The flame is pref. formed on an extended sprayhead and is pref. passed over the deposition substrate which is</p>	<p>cooled to a temp. which allows the Si cpds. deposited to form a glass. <b>USE/ADVANTAGE</b> The process is used for the mfr. of preforms for quartz glass fibre formation. The deposition method is much simpler to use than current plasma deposition techniques. It does not form glass-soot particles and does not require a glass forming step after the deposition. The yield of Si material deposited is high and so is the deposition rate. (3pp1698HPDwgNo0/0).</p>	

DE4026371-A

C 1992 DERWENT PUBLICATIONS LTD.  
128, Theobalds Road, London WC1X 8RP, England  
US Office: Derwent Inc., 1313 Dolley Madison Boulevard,  
Suite 401, McLean, VA22101, USA  
Unauthorized copying of this abstract not permitted

65/413



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 40 26 371 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**C 03 B 37/012**  
C 03 C 13/00  
G 02 B 6/00

②1 Aktenzeichen: P 40 26 371.1  
②2 Anmeldetag: 21. 8. 90  
④3 Offenlegungstag: 27. 2. 92

DE 40 26 371 A 1

⑦1 Anmelder:  
Daimler-Benz Aktiengesellschaft, 7000 Stuttgart, DE

⑦2 Erfinder:  
Erfinder wird später genannt werden

⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE 29 31 092 C2  
DE 28 35 316 C3  
DE 35 23 992 A1  
DE 31 05 295 A1  
DE 29 13 726 A1  
US 22 72 342  
EP 1 97 561 B1

DE-Z: SCHNEIDER, Hartmut;  
ZEIDLER, Günter: Her- stellverfahren und  
Ausführungsformen von Licht- wellenleitern. In:  
telecom report 6, 1983, Bei- heft  
»Nachrichtenübertragung mit Licht«, 1983, S.29-35;  
JP 62 176942 A., In: Patents Abstracts of Japan,  
C-471, Jan.27, 1988, Vol.12, No.28;

⑤4 Verfahren zur Herstellung eines Quarzglasrohrlings

⑤7 Bei einem Verfahren zur Herstellung eines Quarzglasrohrlings zum Ziehen einer Lichtleitfaser wird als Ausgangsstoff eine Silicium-Verbindung verwendet, die in Dampfform auf einen Anfangskörper abgeschieden wird. Um lockere Partikel der auf dem Anfangskörper abgeschiedenen Silicium-Verbindung zu vermeiden und eine hohe Ausbeute zu erreichen, wird als Ausgangsstoff eine brennbare Silicium-Verbindung verwendet. Diese verbrennt unter Zumischung von Luft oder Sauerstoff. Die beim Verbrennen entstehende Flamme wird auf den Anfangskörper gerichtet.

DE 40 26 371 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Quarzglasrohrlings (Vorform) zum Ziehen einer Lichtleitfaser, wobei als Ausgangsstoff eine Siliciumverbindung verwendet wird, die in Dampfform auf einen Anfangskörper abgeschieden wird.

Verfahren zur Herstellung einer Vorform, aus der eine mehrere Kilometer lange optische Faser ziehbar ist, sind in der DE 32 06 180 A1 beschrieben. Unter anderem ist dort ein Plasmaspritzverfahren angegeben. Bei diesem werden Kieselsäure-Teilchen verdampft und ionisiert. Der Teilchenstrom wird auf den Anfangskörper gelenkt und bildet dort eine zunächst flüssige Quarzglasschicht. Dieses Verfahren erscheint auch wegen des nötigen Plasmabrenners aufwendig.

Bei solchen Verfahren wirkt sich ungünstig aus, daß lose Partikel, wie beispielsweise Glasruß, abgeschieden werden. Diese müssen dann erst nach dem Abscheiden verglast werden. Ungünstig erscheint auch, daß das Abscheiden mehr oder weniger diffus, ohne eine Vorzugsrichtung, erfolgt.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein weiteres Verfahren der eingangs genannten Art vorzuschlagen, durch das möglichst keine lockeren Partikel auf den Anfangskörper abgeschieden werden und durch das Abscheiden des Siliciummaterials auf den Anfangskörper mit hoher Ausbeute erfolgt.

Erfindungsgemäß ist obige Aufgabe bei einem Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß als Ausgangsstoff eine brennbare Silicium-Verbindung verwendet wird, daß die Silicium-Verbindung unter Zumischung von Luft oder Sauerstoff verbrennt und dadurch verdampft wird und daß die beim Verbrennen dieses Gemisches entstehende Flamme auf den Anfangskörper gerichtet wird.

In der Flamme liegen die Siliciumanteile dampfförmig vor. An dem Anfangskörper, der kühler ist als die Flamme, schlägt sich dann Siliciumdioxid als kompaktes Material nieder. Lockere Partikel treten praktisch nicht auf, so daß eine sehr homogene Vorform erreicht wird. Es ergibt sich auch eine hohe Ausbeute bzw. Abscheidungsgeschwindigkeit. In der auf den Anfangskörper gerichteten Flamme haben die Siliciumanteile eine deutliche Vorzugsrichtung. Das Abscheiden ist also nicht mehr oder weniger diffus.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen und der folgenden Beschreibung. Ausgangsstoff für das Verfahren ist eine brennbare Silicium-Verbindung, beispielsweise Orthokieselsäuretetraäthylester (Alkoxysilane), Silane, Alkylalkoxysilane, Siloxane oder Silanole, vorgesehen. Diese Silicium-Verbindung wird an einer Düse unter Zufuhr von Luft oder Sauerstoff verbrannt. Da die brennbaren Silicium-Verbindungen teilweise im Gemisch mit Luft oder Sauerstoff explosiv sind, wird die Luft oder der Sauerstoff der Silicium-Verbindung erst in der Flamme oder kurz vor der Flamme zugeführt.

Die Flamme wird auf einen Anfangskörper gerichtet, der beispielsweise ein Graphitrohr oder ein keramisches Rohr ist. Der Anfangskörper wird in der Weise gekühlt, daß sich an ihm Siliciumdioxid aus der Flamme als kompakte Schicht niederschlägt.

Die Düse kann die Form eines langgezogenen Schlitzes aufweisen. Die Düse kann auch zur Verteilung des Siliciumdioxids an dem Anfangskörper relativ zu diesem axial bewegt werden. Der Anfangskörper kann um seine Längsachse gedreht werden.

Die Düse selbst besteht vorzugsweise aus einem keramischen Material oder aus Quarzglas. Um Siliciumdioxid-Abscheidungen an der Düse zu vermeiden, weist diese eine bestimmte Mindesttemperatur auf. Sie wird hierfür vor dem Beginn des Verfahrens aufgeheizt. Im Brennbetrieb kann eine Kühlung der Düse vorteilhaft sein, um zu vermeiden, daß sich Material der Düse infolge eines zu hohen Dampfdrucks dem an dem Anfangskörper niedergeschlagenen Siliciumdioxid beimischt und dieses verunreinigt.

Zur Dotierung des Quarzglasrohrlings sind gewöhnlich Dotierstoffe auf der Basis von Bor, Phosphor oder Germanium vorgesehen. Diese werden bei der Erfindung in Dampfform der Flamme beigemischt. Geeignete Dotierstoffe sind beispielsweise  $\text{BBr}_3$ ,  $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ , Borane oder Borazol oder die entsprechenden Phosphor- oder Germaniumverbindungen.

Es ist jedoch auch möglich, als Ausgangsstoff eine solche chemische Verbindung zu verwenden, die zwei oder mehrere der glasbildenden und dotierenden Elemente Si, B, P oder Ge in einem Molekül enthält. Beispielsweise kann in diesem Fall als Ausgangsstoff Trimethylsiloxylbor  $(\text{CH}_3)_3\text{SiO})_3\text{B}$ , Trisäthylsiloxylphosphinoxid  $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{SiO})_3\text{PO}$  oder andere Silylester anorganischer Säuren verwendet werden. Es können auch Polymetallosiloxane mit dem Grundgerüst  $-\text{Si}-\text{O}-\text{M}-\text{O}-$  verwendet werden, wobei M ein Metall oder Halbmetallatom der oben genannten Elemente ist.

Außerdem lassen sich auch entwässernd wirkende Zusätze, wie Halogensilane, in Dampfform beimischen. Solche sind beispielsweise Trimethylfluorsilan  $(\text{CH}_3)_3\text{SiF}$ , Bisperfluorpropyldimethylsilane  $(\text{C}_3\text{F}_7)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2$  oder andere Fluoro- oder Chloroalkylsilane.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Quarzglasrohrlings zum Ziehen einer Lichtleitfaser, wobei als Ausgangsstoff eine Silicium-Verbindung verwendet wird, die in Dampfform auf einem Anfangskörper abgeschieden wird, dadurch gekennzeichnet, daß als Ausgangsstoff eine brennbare Silicium-Verbindung verwendet wird, daß die Silicium-Verbindung unter Zumischung von Luft oder Sauerstoff verbrennt und dadurch verdampft wird und daß die beim Verbrennen dieses Gemisches entstehende Flamme auf den Anfangskörper gerichtet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Luft oder der Sauerstoff der Silicium-Verbindung erst in der Flamme zugemischt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die brennbare Silicium-Verbindung ein Alkoxysilan, Silan, Alkylalkoxysilan, Siloxan oder Silanol ist.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß Dotierstoffe der Flamme in verdampfbarer Form zugemischt werden.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Dotierstoffe  $\text{BBr}_3$ ,  $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ , Borane, Borazol oder eine dementsprechende Phosphorverbindung oder eine dementsprechende Germaniumverbindung sind.
6. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die brennbare Silicium-Verbindung Dotierstoffe enthält.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß Tris(trimethylsiloxy)bor, Tris(trimethylsiloxy)phosphinoxid oder andere Silylester anorganischer Säuren, oder Polymetallosiloxane verwendet werden.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß entwässernd wirkende Zusätze in Dampfform zugemischt werden.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Flamme an einer langgestreckten Düse gebildet wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Flamme relativ zum Anfangskörper bewegt wird.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Anfangskörper gekühlt wird, jedoch seine Temperatur so hoch ist, daß eine Verglasung der sich an ihm niederschlagenden Silicium-Verbindung erfolgt.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -